
This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of
the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
 - TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
 - FADED TEXT
 - BLURRY OR ILLEGIBLE TEXT
 - SKEWED/SLATED IMAGES
 - COLORED PHOTOS
-
- BLACK OR VERY DARK BLACK AND WHITE PHOTOS
 - UNDECIPHERABLE GRAY SCALE DOCUMENTS




IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

COSMETIC

Patent number: JP61161212
Publication date: 1986-07-21
Inventor: SAIDA KENJI; others: 01
Applicant: SUMITOMO CHEM CO LTD
Classification:
- international: A61K7/02
- european:
Application number: JP19850003653 19850111
Priority number(s):

Also published as:

 EP0191292 (A2)
 EP0191292 (A3)
 EP0191292 (B1)

Abstract of JP61161212

PURPOSE: A finish cosmetic having good touch in use and stability with time, obtained by blending cosmetic with thin pieces of titanium oxides having different thickness and sizes as pigment.

CONSTITUTION: A cosmetic is blended with thin pieces of titanium oxide (having high reflectance, namely, high luster, having improved adhesivity, containing no impurities such as mica, snow white, no turbidity, and chemical stability) having 0.01-0.1 μ m average thickness and 5-100 μ m average size as pearly pigment and/or thin pieces of titanium oxide (having proper luster, no turbidity, more improved extending properties than those of powdery titanium oxide, chemically stable, slightly changing qualities, having higher refractive index, and changing no color even if it is wetted with water) having 0.1-3 μ m average thickness, and 0.8-70 μ m average size as extender pigment, to give cosmetic having improved extending properties, adhesivity, clearly coloring effect, and not causing decomposition of organic substance blended. The cosmetic may be incorporated with existing extender pigment, pearly pigment, and further may be mixed with thin pieces of titanium oxide with low luster.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-161212

⑤ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和61年(1986)7月21日

A 61 K 7/02

7306-4C

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

⑭ 発明の名称 化粧品

⑮ 特 願 昭60-3653

⑯ 出 願 昭60(1985)1月11日

⑰ 発 明 者 才 田 健 二 新居浜市惣開町5番1号 住友化学工業株式会社内
 ⑱ 発 明 者 三 枝 邦 夫 新居浜市惣開町5番1号 住友化学工業株式会社内
 ⑲ 出 願 人 住友化学工業株式会社 大阪市東区北浜5丁目15番地
 ⑳ 代 理 人 弁理士 諸石 光熙 外1名

明細書

1. 発明の名称

化粧品

2. 特許請求の範囲

1) 平均の厚み0.01~0.1 μ 未満、平均の大きさ5 μ ~100 μ なる薄片状酸化チタン及び/または平均の厚み0.1~3 μ 、平均の大きさ0.8 μ ~70 μ なる薄片状酸化チタンを顔料として配合したことを特徴とする仕上げ化粧品

3. 発明の詳細な説明

本発明は化粧品、さらに詳しくは、薄片状酸化チタンを顔料として配合した仕上げ化粧品に関する。

化粧品は基礎化粧品と仕上げ化粧品に大別される。

このうち仕上げ化粧品は皮膚に適当な被覆と色彩を施す事を目的とするものであり、その具体例としてはファンデーション、プレスドパウダー、口紅、アイシャドウ等がある。

仕上げ化粧品には、適度な光沢と透明感を持っ

て皮膚を被覆し、展延性(のび)、付着性(つき)を向上させ、汗や脂等の分泌物による化粧くずれを防止するため、そして使用時の感触をよくし、製品の成型性を上げるために種々の基剤が、そして、色彩を施すために着色料が用いられている。

基剤としては、タルク等の体質顔料、油脂や炭化水素あるいは界面活性剤等種々の原料が用いられている。

この内体質顔料としては、種々のものが知られているが、これらは単独では体質顔料として必要な適度な光沢、展延性、付着性を満たせなかった。

例えば、天然の層状粘土鉱物としては、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト等が知られているが、タルク、マイカ、セリサイトは付着性が劣り、付着性を改良するためにカオリン、沈降性炭酸カルシウム等が用いられるが、これらは展延性が全くない。したがって、これらは組合されてファンデーション、粉白粉、固形白粉、口紅、頬

紅等に配合されている。

さらにこれらの粘土鉱物には、含有される不純物、水酸基、アルカリ金属等の為に、化粧料成分である油脂類、香料等と共存した場合に、油脂類を酸敗させたり、香料を変質させると言った問題があり、これに対し、粘土鉱物を脱水してから配合する方法（特開昭57-169412号公報）、ポリアミノ酸で処理する方法（特開昭57-145006号公報）が提案されているが、複雑な工程を要し、それでも不純物が完全には除去できず、この不純物（例えば酸化鉄）のため本来白色でなければならないものが、黄褐色に着色するという欠点がある。

さらに粘土鉱物は屈折率が低い為に、汗や雨等で濡れると黒っぽく変色するといった欠点もある。

また、薄片状顔料として、厚み $0.05 \sim 1 \mu$ （以下 μ と略す）、大きさ $5 \sim 100 \mu$ の硫酸バリウムの小板状結晶の表面に高屈折率金属酸化物の薄層を有するフレーク状顔料も提案されてい

(3)

必要であり、雲母チタンの場合 $5 \sim 100 \mu$ となる。

かかる、真珠顔料としては、グアニン、塩基性炭酸鉛、オキシ塩化ビスマス等の結晶、マイカ上に酸化チタンの被覆を施した雲母チタン等があり、これらは輝きのある独特な効果をもった口紅、アイシャドウ、ネイルエナメル等に用いられているが、グアニンは特別の種類の魚体より採取するために高価かつ供給量がかぎられているといった難点があり、塩基性炭酸鉛、オキシ塩化ビスマス等の結晶は鉛やビスマスの毒性故に化粧料用途としては好ましくなく、雲母チタンは原料マイカの持つ不純物のため化学的に不安定となり着色するといった問題があり、付着性もいまだ充分ではない。

本発明者らは、薄片状酸化チタンの厚みと大きさを変化させることにより、機能の異なる2つの顔料、即ち体質顔料および真珠顔料として用いることができ、そしてかかる薄片状酸化チタンを顔料として用いた仕上り化粧料は従来の化粧料では

(5)

るが（特開昭48-56833号公報）、硫酸バリウムを析出させ次に金属酸化物を析出させる等工程が長く、こうして得られた金属酸化物の薄層の厚みは、 $0.01 \sim 0.1 \mu$ の範囲で真珠光沢を示すため体質顔料としては光りすぎるといった欠点がある。

さらに、本来真珠顔料として用いられる雲母チタンを粉碎して光沢を落とす体質顔料として用いる試みもあるが展延性が充分でないという欠点を有している。

一方着色料としては、着色顔料、酸化鉄等の無機顔料、赤色226号等のタール系色素、雲母チタンのような真珠光沢～金属光沢を呈する真珠顔料等が用いられている。

真珠顔料は真珠光沢を発現するための光学的条件として、薄片の厚みが $0.01 \sim 0.1 \mu$ の範囲でなければならない。（特公昭35-15579号公報）

また大きさは、光学的効果を得るために縁での光の散乱を少なくするため、ある程度の大きさが

(4)

得られない優れた使用時の磨耗と経時安定性が得られることを見出し本発明に至った。

即ち本発明は平均の厚み $0.01 \sim 0.1 \mu$ 未満、平均の大きさ $5 \mu \sim 100 \mu$ なる薄片状酸化チタン及び／または平均の厚み $0.1 \sim 3 \mu$ 、平均の大きさ $0.8 \mu \sim 70 \mu$ なる薄片状酸化チタンを顔料として配合したことを特徴とする化粧料である。

以下本発明を詳述する。

薄片は一般に分布を持つため、大きさは平均の大きさ、即ち100個の薄片についての（薄片の最長さしわたし径+最短さしわたし径）/2の値の平均値で規定し、厚みも^{平均の厚み}100個の薄片についての平均値で規定する。

まず、真珠顔料として用いる薄片状酸化チタンは、平均の厚み $0.01 \sim 0.1 \mu$ 未満、平均の大きさ $5 \mu \sim 100 \mu$ であり、高い反射率、即ち高光沢を呈し、付着性が良好でかつ雲母のように不純物を含まず純白で濁りがなく化学的に安定である。（以下かかる薄片状酸化チタンを高光沢薄

(6)

片状酸化チタンと称する。)

かかる薄片状酸化チタンを配合した化粧料は展延性、付着性に優れ、鮮明な色彩効果が得られ、同時に配合される有機物の分解が起こらないものである。

平均の厚みが0.01 μ より小さいと機械的強度が乏しく、0.1 μ 以上であると反射率が充分ではない。

平均の大きさが、5 μ より小さいと光沢が落ち、100 μ より大きいと付着性等の化粧効果が低下する。

次に体質顔料として用いる薄片状酸化チタンは、平均の厚み0.1~3 μ 、平均の大きさ0.8 μ ~70 μ であり、適度な光沢を呈し濁りがないものである。(以下かかる薄片状酸化チタンを低光沢薄片状酸化チタンと称する。)

タルク、セリサイトと同程度の適度な光沢、タルク、マイカ、セリサイトと同程度の展延性を示し、タルク、マイカ、セリサイトより付着性が優れており、カオリン、沈降性炭酸カルシウム、従

(7)

平均の大きさが0.8 μ より小さい場合には、真っ白な白色顔料となり、適度な光沢が失われ、そして、付着性はよいが展延性が全くなり、透明感が無くなる。

平均の大きさが大きくなるほど展延性は良くなるが、平均の大きさが70 μ を越えると、粒子が分離し易くなり、肌を均一に覆うという目的が果たせなくなる。このため、平均の大きさは70 μ 以下が好ましく、さらに好ましくは40 μ 以下である。

したがって平均の厚み0.2~2 μ 、平均の大きさ0.8~70 μ の薄片状酸化チタンが好ましく、平均の厚み0.2~1 μ 、平均の大きさ2~40 μ の薄片状酸化チタンがさらに好ましい。

本発明に用いられる薄片状酸化チタンは、種々の方法で製造できる。

たとえばチタンアルコキシドの有機溶媒溶液を平滑面に塗布後、水蒸気的作用によりできた膜をひび割れさせ、薄片をえる方法(米国特許第2941895号)、四塩化チタン溶液をゼラチン膜

(9)

新法

来の酸化チタンより展延性が優れている。更に化学的に安定で変質しにくく、屈折率が高く水に濡れても変色しない。

かかる薄片状酸化チタンを配合した化粧料は付着性、展延性、適度な光沢を同時に満たし従来にないなめらかなしっとりした感触を与え、かつ適度な微光沢により自然な美しい仕上がりを与える。

平均の厚みが0.1 μ より薄い場合には、反射率が高くなり真珠光沢を示すようになり、機械的強度が低下し割れやすくなる。

平均の厚みは0.1 μ 以上、好ましくは0.2 μ 以上である。

平均の厚みが0.1 μ ^{以上になる} ~~を越え~~ると急速に金属光沢が減少し、0.2 μ 以上では非常に少なくなる。

しかし、平均の厚みが3 μ を越えると、肌への付着性が低下し使用感が低下する。

好ましくは2 μ 以下、更に好ましくは1 μ 以下である。

(8)

に塗布後ゼラチン膜を溶解する方法(特公昭30-473号公報)、真空蒸着を用いる方法(特公昭39-25280号公報)、チタン酸カリウム繊維を酸、次いで熱で処理する方法(特開昭58-88121号公報)等により所望の厚みの薄片状酸化チタンが得られる。

そして、特定の大きさの薄片状酸化チタンを調製する方法としては、前記の方法によってえられた薄片状酸化チタンを乾式ボールミル、湿式ボールミル、振動ミル、ロールミル、ゼットミル等による粉砕及び/またはジャイロシフターやハンマースクリーンのような振動ふるい、スパイラル分級器や水力分級器のような湿式分級法、動式または遠心式の風力分級器のような乾式分級法、あるいは浮遊選鉱法等のような分級工程の1つ又2つ以上を組み合わせる方法等の衆知の方法が挙げられる(粉体工学ハンドブック(井伊谷鋼一編集 朝倉書店発行))。

こうして得られた薄片状酸化チタンの仕上げ化粧料への配合割合は、従来の真珠顔料、体質顔料

(10)

の配合割合と同様である。~~前記~~使用目的即ち真珠顔料または体質顔料によって異なる。また、化粧料の種類によっても異なる。

勿論、従来の体質顔料、真珠顔料と併用してもよく、さらに高光沢、低光沢薄片状酸化チタンを併用してもよい。

真珠顔料として用いる場合、即ち高光沢~~低光沢~~薄片状酸化チタンは、例えば、ネイルエナメルで0.1重量%~1重量%、口紅で0.1重量%~10重量%、アイシャドウで2重量%~80重量%である。

一般に配合割合が、これよりすくないと本発明の効果は顕著ではなく、またこれより多いと油脂、着色料等の割合が少なくなりすぎて使用時の感触、色彩効果の低下がおこる。

体質顔料として用いる場合、即ち低光沢薄片状酸化チタンは、例えば油性ファンデーションで2重量%~60重量%、プレスドパウダー、プレスドファンデーションで20重量%~90重量%である。

(1 1)

ニトロセルロースラッカーに顔料物質を10重量%になるよう配合して下記の試験用液をえた。

顔料物質	10重量部
ニトロセルロースRS1/4	16重量部
イソプロピルアルコール	7重量部
酢酸イソアミル	39重量部
酢酸n-ブチル	33重量部
ジエチレングリコールモノブチルエーテル	3重量部

これを充分に分散混合後、定盤上に固定した。白黒隠蔽力チャート紙上にドクターブレードにて75μの厚みに展開し固化させてフィルムを形成した。

このチャート紙の黒色部分上のフィルムをJIS-Z8741の鏡面光沢度測定法に従い、入射角20度、反射角20度にて測定し、表面光沢度を測定した。

この表面光沢度をもって反射率とした。

(従来の体質顔料であるセリサイト、タルク等は

(13)

一般に配合割合が、これよりすくないと本発明の効果は顕著ではなく、またこれより多いと~~粘り~~粉末だけとなり、しっとり感等の使用~~感~~が低下する。

なお、低光沢薄片状酸化チタンは、着色料、例えば酸化鉄、酸化クロム、酸化コバルト等の有色金属酸化物、シアン化鉄等の金属錯塩、水酸化鉄等の有色金属水酸化物、赤色2号、黄色4号等の有機染料およびこれらのアルミニウムレーキ等の有機顔料等でコートし、色の付いた体質顔料としてから用いてもよい。

これらの薄片状酸化チタンを化粧料に配合する方法としては、公知の混合方法、即ちヘンシェルミキサー、リボンミキサー、V型ブレンダー等を用いることができる。

以下、実施例を用いて本発明を更に詳細に説明する。

尚、光の反射率値(大抵程金属光沢に近いことを示す。)は次の方法により測定した。

反射率の測定

(1 2)

5~30%の範囲であり、真珠顔料は種々のグレードがあるが低い方で40%、高い方で60%である。)

本発明の薄片状酸化チタンの反射率を第1表に、従来の顔料物質の反射率を第2表に示す。(尚、粒子の大きさ及び厚みは走査型電子顕微鏡により測定した。)

実施例1、比較例1~4

第1表サンプルNO1の低光沢薄片状酸化チタンを用いて第3表に示す組成のパウダーファンデーションを調製した。

また~~比較例のため~~サンプルNO1の低光沢薄片状酸化チタンの代わりに、タルク、カオリン、合成高分子パウダー、雲母チタン(MP1005)を配合したのも調製した。

そして、伸び、つき、なめらかさ、光沢、色感に関して女性20名により官能試験を行い、最高点を5点とする5段階法にて評価した結果の平均点で評価した。結果を第3表に示す。

これより、低光沢薄片状酸化チタンを配合した

(1 4)

パウダーファンデーションは、タルクを配合したものよりつき、なめらかさにおいて優れ、カオリン配合したものより、伸び、光沢において優れ、合成高分子パウダー配合したものより^{つぎ}粘着性、なめらかさにおいて優れ、雲母チタンを配合したものより光沢に於いて優れることがわかる。

実施例2、比較例5

第1表サンプルNO2の低光沢薄片状酸化チタンを用いて油性ファンデーションを調製した。

また、比較のため低光沢薄片状酸化チタンの代わりに、従来からの粉末状酸化チタンを用いたものも調製した。結果を第4表に示す。

実施例3、比較例6

第1表サンプルNO2の低光沢薄片状酸化チタンを用いて第5表に示す組成のプレスパウダーを調製した。

また比較のため、タルクを用いたプレスパウダーも調製した。結果を第5表に示す。

低光沢薄片状酸化チタンを用いたものは、伸びは同等であるが、つきが優れ、適度な光沢を示し

た。

実施例4、比較例7

第1表サンプルNO3の低光沢薄片状酸化チタンを用いて口紅を調製した。

また比較のため^{従来の粉末状}酸化チタンを配合した口紅を調製した。結果を第6表に示す。

低光沢薄片状酸化チタンを配合したものは、従来の粉末状酸化チタンを配合したものと比べ、つきは同等であるが、のび、光沢が良くあざやかに発色した。

実施例5、比較例8

第1表サンプルNO5の高光沢薄片状酸化チタンを用いてパウダーアイシャドウを調製した。

また比較のため、雲母チタン(MP1005)を配合したパウダーアイシャドウも調製した。結果を第7表に示す。

高光沢薄片状酸化チタンを用いたものは、従来の雲母チタンを配合したものに比べ、伸びは同等であるが、つき、色感に優れていることがわかる。

(15)

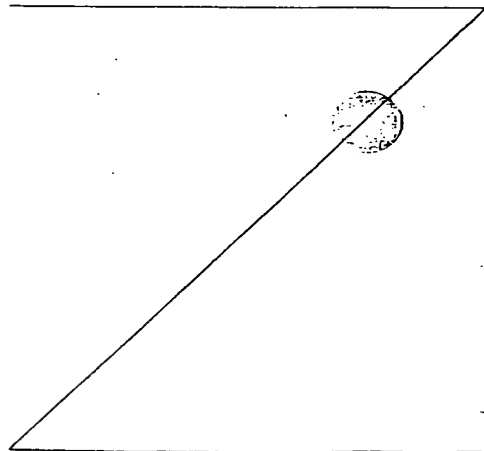
(16)

実施例6、比較例9

第1表サンプルNO5の高光沢薄片状酸化チタンを用いてネイルエナメルを調製した。

また比較のため雲母チタン(MP1005)を配合したネイルエナメルも調製した。結果を第8表に示す。

高光沢薄片状酸化チタンを用いたものは、従来の雲母チタンを配合したものに比べ、色感、つきに優れることがわかる。



(17)

第1表 薄片状酸化チタンの大きさと反射率

サンプル No	大きさ				平均の 大きさ (μm)	平均の 厚み (μm)	反射率 (%)	用途	好ましき 形状
	14 μm 以下	14 μm ~40 μm	40 μm ~70 μm	70 μm 以上					
1	60%	26%	9%	5%	4	0.8	7.1 \pm 0.2	体質 顔料	
2	25	51	19	5	18	0.5	15.5 \pm 0.8	—	
3	0	55	26	19	50	0.7	29.8 \pm 0.8	—	
4	0	5	80	65	80	0.9	40.9 \pm 0.5	—	
5	0	85	52	18	68	0.09	56.8 \pm 0.9	—	

(18)

第2表 顔料の反射率

顔料名	形状	反射率%	用途
DM-OA マイカ	薄片	28.2±0.8	体質 顔料
セリサイト F8E	-	18.4±0.2	
微粉タルク	-	5.1±0.2	
粉末状酸化チタン (A-100, 石原産)	粉末	22.1±0.3	
顔料(雲母チタン、メルク社製 MP-47)	薄片	60.7±1.1	真珠
顔料(雲母チタン、メルク社製 MP-1005)	-	42.7±0.8	顔料

(19)

第8表 パウダーファンデーション

組成(wt%)	実施例1	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
ベンガラ	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
黄酸化鉄	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
黒酸化鉄	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
酸化チタン(A-100)	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
カオリン	-	-	50.0	-	-
セリサイト	24.9	24.9	24.9	24.9	24.9
合成高分子パウダー (ナイロン)	-	-	-	50	-
タルク	-	50	-	-	-
雲母チタン	-	-	-	-	50.0
低光沢薄片状 酸化チタン	50.0	-	-	-	-
スクワラン	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
流動パラフィン	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
ミリスチン酸オク チルドデシル	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
白色ワセリン	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
防腐剤	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
香料	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
評価法	伸び つき 光沢 なめらかさ・しっとり感	4.5 5.0 5.0 5.0	4.5 2.0 4.0 2.0	2.0 5.0 8.0 8.0	5.0 1.0 8.0 8.0

(20)

第4表 油性ファンデーション

組成(wt%)	実施例2	比較例5
ベンガラ	2.0	2.0
黄酸化鉄	4.0	4.0
黒酸化鉄	1.0	1.0
酸化チタン(A-100)	-	85.0
カオリン	8.0	8.0
低光沢薄片状酸化チタン	85.0	-
スクワラン	10.0	10.0
マイクロワックス	6.0	6.0
オゾケライト	10.0	10.0
白色ワセリン	5.0	5.0
流動パラフィン	17.8	17.8
ソルビタンモノオレエート	1.0	1.0
酸化防止剤	0.1	0.1
防腐剤	0.1	0.1
香料	0.2	0.2
評価法	伸び つき 光沢 なめらかさ・しっとり感	5.0 5.0 5.0 5.0

(21)

第5表 プレスドパウダー

組成(wt%)	実施例8	比較例6
ベンガラ	0.4	0.4
黄酸化鉄	0.2	0.2
黒酸化鉄	0.1	0.1
セリサイト	22.1	22.1
タルク	-	70.0
低光沢薄片状酸化チタン	70.0	-
ステアリン酸亜鉛	8.0	8.0
スクワラン	2.0	2.0
メチルフェニルポリシロキサン	2.0	2.0
酸化防止剤	微量	微量
防腐剤	微量	微量
香料	0.2	0.2
評価法	伸び つき 光沢 なめらかさ・しっとり感	4.8 8.5 4.0 8.8

(22)

第 6 表 口 紅

組成 (w t %)		実施例 4	比較例 7
ヒマシ油		4 5.8	4 5.8
ヘキサデシルアルコール		2 5.0	2 5.0
ラノリン		4.0	4.0
ミツロウ		5.0	5.0
オゾゲライト		4.0	4.0
キャンデリラロウ		7.0	7.0
カルナウバロウ		2.0	2.0
酸化防止剤		微 量	微 量
酸化チタン (A-100, 石原産業)		—	2.0
高光沢薄片状酸化チタン		2.0	—
赤色 202号		0.5	0.5
赤色 204号		2.5	2.5
赤色 227号 ALレーキ		2.5	2.5
褐色 201号		0.2	0.2
香 料		微 量	微 量
評 価 法	伸 び	5.0	4.0
	つ き	4.2	4.2
	光 沢	5.0	3.0
	落 色 性	4.7	8.8

第 7 表 パウダーアイシャドウ

組成 (w t %)		実施例 5	比較例 8
タ ル ク		4.0	4.0
カ オ リ ン		—	—
炭酸マグネシウム		1.0	1.0
ステアリン酸アルミニウム		5	5
雲母チタン		0	50
高光沢薄片状酸化チタン		50	—
群 青		80	80
ベンガラ		4	4
ソルビタンセスキオレエート		1.0	1.0
流動パラフィン		4.0	4.0
白色ワセリン		1.0	1.0
防 腐 剤		微 量	微 量
評 価 法	伸 び	4.7	4.7
	つ き	4.5	8.8
	落 色 性	4.2	8.8

(エ3)

第 8 表 ネイルエナメル

組成 (w t %)		実施例 6	比較例 9
ニトロセルロース		1 5.0	1 5.0
アルキッド樹脂		1 2.0	1 2.0
カンファー		6.0	6.0
酢酸ブチル		2 8.0	2 8.0
酢酸エチル		9.0	9.0
エタノール		7.0	7.0
トルエン		2 7.2	2 7.2
赤色 225		0.2	0.2
高光沢薄片状酸化チタン		0.6	—
雲母チタン		—	0.6
評 価 法	発 色 性	4.7	4.0
	落 色 性	5.0	8.5

(エ4)